

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

PCT/JP99/04926

09/5300

29.11.99

REC'D 10 DEC 1999
WIPO PCT

日本国特許

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

SP 99/4926

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1998年 9月10日

出願番号

Application Number:

平成10年特許願第257180号

出願人

Applicant(s):

日立金属株式会社

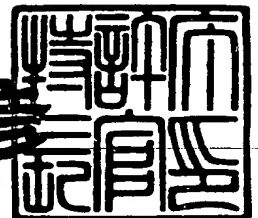
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年10月15日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近藤隆彦



出証番号 出証特平11-3070392

【書類名】 特許願  
【整理番号】 YK98033  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B23K 20/00  
H01F 1/03  
G08B 13/24  
【発明の名称】 半硬質磁性材料の製造方法ならびに磁気マーカ用バイア  
ス材の製造方法  
【請求項の数】 3  
【発明者】  
【住所又は居所】 島根県安来市安来町 2 1 0 7 番地 2 日立金属株式会社  
冶金研究所内  
【氏名】 中岡 範行  
【発明者】  
【住所又は居所】 島根県安来市安来町 2 1 0 7 番地 2 日立金属株式会社  
安来工場内  
【氏名】 川上 章  
【発明者】  
【住所又は居所】 島根県安来市安来町 2 1 0 7 番地 2 日立金属株式会社  
安来工場内  
【氏名】 山田 英矢  
【特許出願人】  
【識別番号】 000005083  
【氏名又は名称】 日立金属株式会社  
【代表者】 枝 徹也  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 010375  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半硬質磁性材料の製造方法ならびに磁気マーカ用バイアス材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Feを主体とするA層と、Cu族非磁性金属を主体とするB層が積層されたクラッド材を加熱し、前記B層を分断化処理後、冷間での塑性加工を施すことを特徴とする半硬質磁性材料の製造方法。

【請求項2】 冷間での塑性加工後に、焼鈍することを特徴とする請求項1に記載の半硬質磁性材料の製造方法。

【請求項3】 請求項1乃至2のいずれかに記載の半硬質磁性材料を、磁気マーカ用の磁歪素子と組み合わせるバイアス素子の材料とすることを特徴とする磁気マーカ用バイアス材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、リレーや磁気マーカ用バイアス材に用いられる半硬質磁性材料の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

磁化状態を保持でき、消磁も可能な半硬質磁性材料は、古くはリレー用の材料として使用されてきた。代表的な半硬質磁性材料として、特公昭51-18884号に記載されるような、Fe-Cr-Co系合金等が知られている。

このような半硬質磁性材料としては、その保磁力、飽和磁束密度などの様々な磁気特性の要求から、上述したFe-Cr-Co系合金に限らず、様々な合金が提案されている。

また、半硬質磁性材料の用途として、特開平8-82285号に記載されるような物品の監視などに用いられる磁気マーカ用バイアス素子としても利用可能である。このバイアス素子は、アモルファス磁性材料等からなる磁歪材料と組み合わせ使用され、磁歪振動を調整するために用いられるものである。

## 【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明者は、半硬質磁性材料として、相分離するFe-Cu系合金に着目した。Fe-Cu合金は、分離したCu相を分散させることで、保磁力が高まり半硬質磁性材料として利用可能である。半硬質磁性材料としては、保磁力の調整とともに飽和磁束密度が高く、かつ磁化状態と消磁状態のオン・オフが明確であることが求められる。

Cuの分離により保磁力を高めるFe-Cu系合金は、高い飽和磁束密度を有するFeの性質をそのまま利用できるため、優れた半硬質磁性材料となることが期待できる。

しかし、実際にFe-Cu系合金を製造しようとする、Cu相の分離により特に熱間における加工性が極めて悪く、溶解した合金インゴットを圧延して仕上げる方法では、製造中に割れが生じ易く、とても量産化できるものではなかった。

## 【0004】

また、異種金属の複合体を製造する方法として、熱処理38巻2号平成10年4月発行P75～79に記載されるように異種金属を積層し、多段の圧延を繰り返すことによって、多層金属体を製造する方法が知られている。

この方法をFe-Cuに適用すると、合金インゴットを圧延する場合のような加工性の低下の問題は解消される。この金属多層体ではCuが極めて狭い間隔で積層した組織状態になり、保磁力がやや向上する。しかし、Cuは実質的に箔の状態で層状に存在しているため、半硬質磁性材料としては十分ではない。もちろんCuの存在比を高くすれば、保磁力は大きくなるが、飽和磁束密度が低下してしまうという問題がある。

本発明の目的は、上述した問題点に鑑み、リレーや磁気マーカ用のバイアス材として優れた磁気特性を有し、且つ製造しやすい半硬質磁性材料の製造方法を提供することである。

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者は、まずFe-Cuの多層化した材料を半硬質磁性材料として適用すべく金属組織の改良を鋭意検討した。その結果、驚くべきことにFe-Cuの多層化した組織を加熱していくと、Cu相が分断して細分化することを知見した。そして、この分断した組織をさらに冷間で塑性加工することで、組織に異方性を付与することができ、Cuが層状に存在している場合に比べて著しく保磁力を高めることができることを見だし、本発明に到達した。

#### 【0006】

すなわち、本発明は、Feを主体とするA層と、Cu族非磁性金属を主体とするB層が積層されたクラッド材を加熱し、前記B層を分断化処理後、冷間での塑性加工を施す半硬質磁性材料の製造方法である。

本発明においては、さらに冷間での塑性加工後に、焼鈍することが望ましい。

#### 【0007】

上述した半硬質磁性材料は、磁歪材料にバイアス磁界を与える、磁気マーカ用バイアス材として使用することができる。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

上述したように、本発明の基本的な特徴の一つを具体的に示すと、FeとCuとが積層されたクラッド材のCu層を加熱により分断し、さらに冷間で塑性加工することで、組織に異方性を付与して保磁力を高めたことにある。

本発明者の検討によれば、FeとCuとが積層されたクラッド材を適当な温度で加熱することでCu層が分断される。この時、Cu系非磁性金属の分断化処理に必要な処理温度は、例えばCu族非磁性金属としてCuを採用する場合、1000～1070℃といった、Cuの融点以下～100程度に加熱することで、Cuを微細に分断化できる。

#### 【0009】

その後、冷間で塑性加工すると、組織に異方性が生じ、その結果、磁気異方性を付与でき、保磁力を高めることができる。

すなわち、分断したCuが圧延もしくは引き抜き等といった塑性加工によって展伸されることで、長手方向に伸びた非磁性領域が分散した組織となり磁区の回



転を妨げ、保磁力を高めるのである。

【0010】

また本発明において、冷間塑性加工の後に焼鈍を施すことにより、磁気特性をさらに改善することができる。塑性加工による歪が多く残留していると、本来優れた軟磁性を有するべきFeを主体とするマトリックスの磁壁移動が妨げられてしまう。

こうなると、角形比が低く、B-H曲線がなだらかである、すなわち磁化急峻性の悪い半硬質磁性材料となってしまう、オン・オフが不明瞭になってしまう。この焼鈍によってマトリックスの歪取りがなされるため、マトリックスの磁壁移動が容易となる。したがって磁壁移動を妨げる主要素をCu族非磁性金属に限定することができ、角形比が高く、B-H曲線が矩形に近い、すなわち磁化急峻性に優れた半硬質磁性材料を得ることができるのである。

この特性は、特に磁気マーカー用バイアス材の特性として重要であり、好ましくはBr/B8kを85%以上とすることが望ましい。[Brは残留飽和磁束密度、B8kは、8000A/mの磁場中での磁束密度である。]

【0011】

上述の歪取り焼鈍の温度は、400～700℃が好ましい。

焼鈍温度が低すぎると、マトリックスの歪を十分に除去することができない。したがってより好ましい焼鈍温度は450℃以上である。

また焼鈍温度が高すぎると、Cu族非磁性金属を主体とする相が粗大化してしまい、マトリックスの磁区回転を妨げる効果が十分に得られなくなる恐れがある。したがってより好ましい焼鈍温度は650℃以下である。

【0012】

また、歪取り焼鈍の時間は、2～120分が好ましい。

焼鈍時間が短すぎると、マトリックスの歪を十分に除去することができない。したがってより好ましい焼鈍時間は3分以上である。

また焼鈍時間が長すぎると、Cu族非磁性金属を主体とする相が粗大化してしまい、マトリックスの磁区回転を妨げる効果が十分に得られなくなる恐れがある。また、生産性の点からも、焼鈍時間はできるかぎり短くすることが好ましい。

したがってより好ましい焼鈍時間は60分以下である。

【0013】

本発明の素材となるクラッド材において、Feを主体とするA層は、基本的な磁気特性を確保するために必要である。Feを主体とするA層としては、純鉄である必要はなく、必要に応じて、脱酸元素のAl、Si、Mnが残留していても良いし、耐食性元素Cr等、あるいは、強度に寄与するCなどの元素を含有していても良い。

【0014】

また、本発明において、B層としては純Cuだけでなく、Cu族非磁性金属すなわち、Cu、Ag、Auを単体または合金として利用することができる。これらの元素はFeに固溶しにくく、組織中に磁壁移動を妨げる第2相として存在させることができ、保磁力を高める作用を有するからである。もちろん、Cu族非磁性金属の相は微量成分およびCu族非磁性金属に固溶する添加元素を含有してもよい。

CuはCu族のうち最も安価に入手することが可能であるので、Cuを利用するのが最も好ましい。

【0015】

このクラッド材は、たとえばA層となるFeを主体とする金属板と、B層となるCu族非磁性金属板を交互に積層したものを、熱間静水圧プレスあるいは熱間圧延、またその組み合わせ等により接合したもの、あるいはさらに冷間圧延したものをを用いることができる。

保磁力を高めるためには、できるだけCuを微細分散させることが好ましく、素材となるクラッド材のCu族非磁性金属層はできるだけ薄いことが望まれる。

そのため、一端積層して薄肉化したクラッド材を、さらに複数重ねて、接合した多層クラッドを使用することが望ましい。

また、要求される保磁力の調整はA層となるFeを主体とする金属板と、B層となるCu族非磁性金属板で調整が容易であることも本発明の特徴の一つである。

なお、上述した製造方法を用いれば、磁化急峻性に優れた半硬質磁性材料を得ることができ、とりわけ磁気マーカ用バイアス材として好適な製造方法となる。

【0016】

## 【実施例】

電磁軟鉄薄板と無酸素銅とを積層して熱間圧延し、得られた圧延品を更に積み重ねて熱間および冷間で圧延する工程を繰り返して、図3に示す積層された断面組織を有する多層クラッド材を得た。このクラッド材を比較材No. 5とし、このクラッド材の磁気特性を測定した。図5にB-H曲線を、表1に測定結果を示す。

このクラッド材に対し、1050℃、30分間の熱処理を施し、Cu層を分断した。この時の断面金属ミクロ組織を図2に示す。さらに冷間圧延を施し、板厚75μmのNo. 1、板厚45μmのNo. 2の本発明の半硬質磁性材料を得た。

この後、No. 1、No. 2に対し、500℃、30分間の熱処理を施したものがそれぞれNo. 3、No. 4である。それぞれの磁気特性を測定した。図3(A)はNo. 2の、(B)はNo. 4のB-H曲線である。

【0017】

【表1】

試料	Hc[A/m]	Br[T]	B8k[T]	Br/B8k	備考
1	1570	1.33	1.53	0.87	本発明
2	1520	1.26	1.45	0.87	本発明
3	1680	1.31	1.49	0.88	本発明
4	1760	1.25	1.41	0.89	本発明
5	1000	1.02	1.35	0.76	比較材

【0018】

表1に示すように本発明の半硬質磁性材No. 1～4は、比較材No. 5に比して高い角形比を得ることができているのがわかる。Br/B8kの値も85%以上を示しており、磁気マーカ用バイアス材として好適な多層クラッド材となっていることがわかる。

また、図5に示したなだらかなB-H曲線に比して、図4のB-H曲線は矩形に近く、優れた磁化急峻性を有していることがわかる。

また、図4 (A) に比して (B) の方がさらに矩形に近いB-H曲線を呈しており、焼鈍により、磁化急峻性が向上していることがわかる。

#### 【0019】

本発明の半硬質磁性材料のミクロ組織を走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

ミクロ組織の一例を図1に示す。(A)は半硬質磁性材No. 4の圧延長手方向の縦断面のミクロ組織であり、(B)は圧延幅方向の横断面のミクロ組織である。

いずれも、黒っぽく見えるFeを主体とする部分に、Cuを主体とする相が白い筋状もしくは点状に分散している。写真(A)の横方向が冷間圧延の長手方向であり、筋状のCuはこの方向に展伸されている。写真(B)では、Cuを主体とする相が分断されている様子がよく分かる。すなわち、本発明の半硬質磁性材料は冷間圧延の長手方向に展伸された組織を有している。

#### 【0020】

##### 【発明の効果】

本発明は、Feを主体とするA層とCu族非磁性金属を主体とするB層を拡散接合した多層クラッド材を加熱し、B層を分断化处理し、次いで冷間での塑性加工を施すことにより、角形比が高く磁化急峻性に優れた半硬質磁性材料および磁気マーカ用バイアス材として好適な製造方法が提供できる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明の半硬質磁性材料の金属組織の顕微鏡写真である。

##### 【図2】

本発明の半硬質磁性材料の金属組織の顕微鏡写真である。

##### 【図3】

比較材の半硬質磁性材料の金属組織の顕微鏡写真である。

##### 【図4】

本発明の半硬質磁性材料の磁気特性測定結果を示す図である。

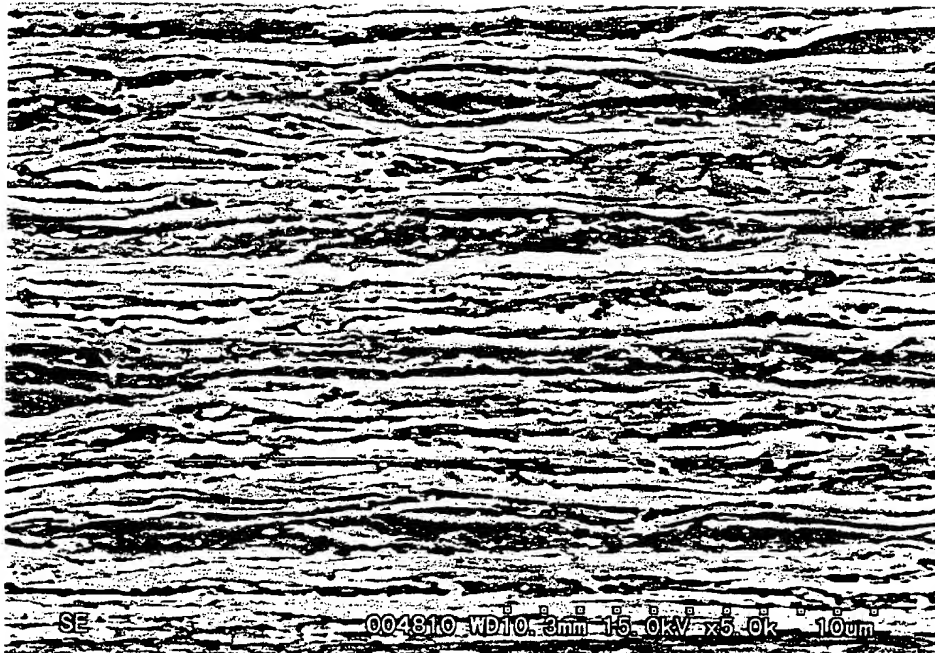
##### 【図5】

比較材の半硬質磁性材料の磁気特性測定結果を示す図である。

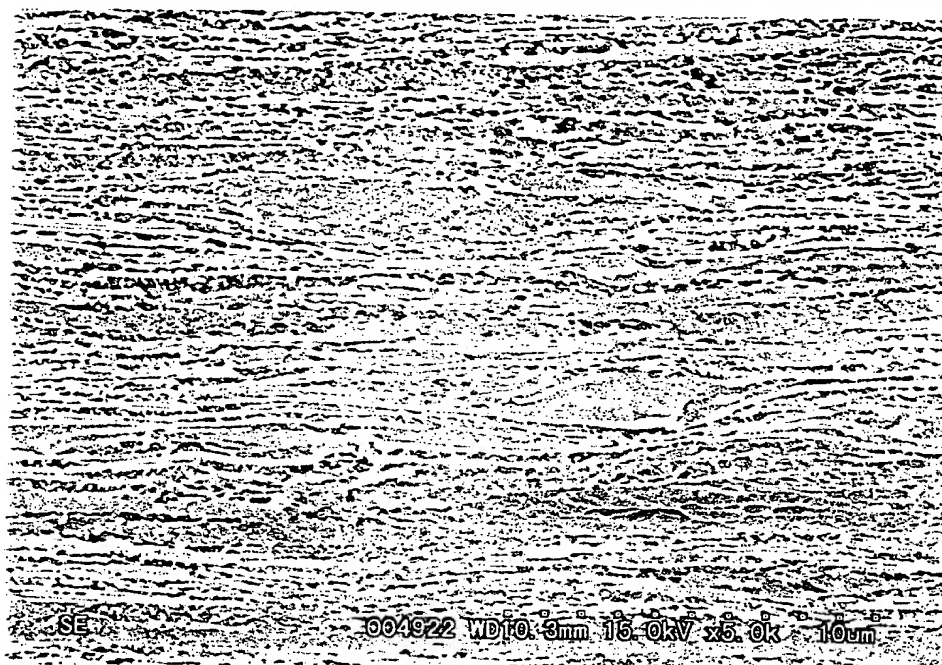
【書類名】 図面

【図1】

A



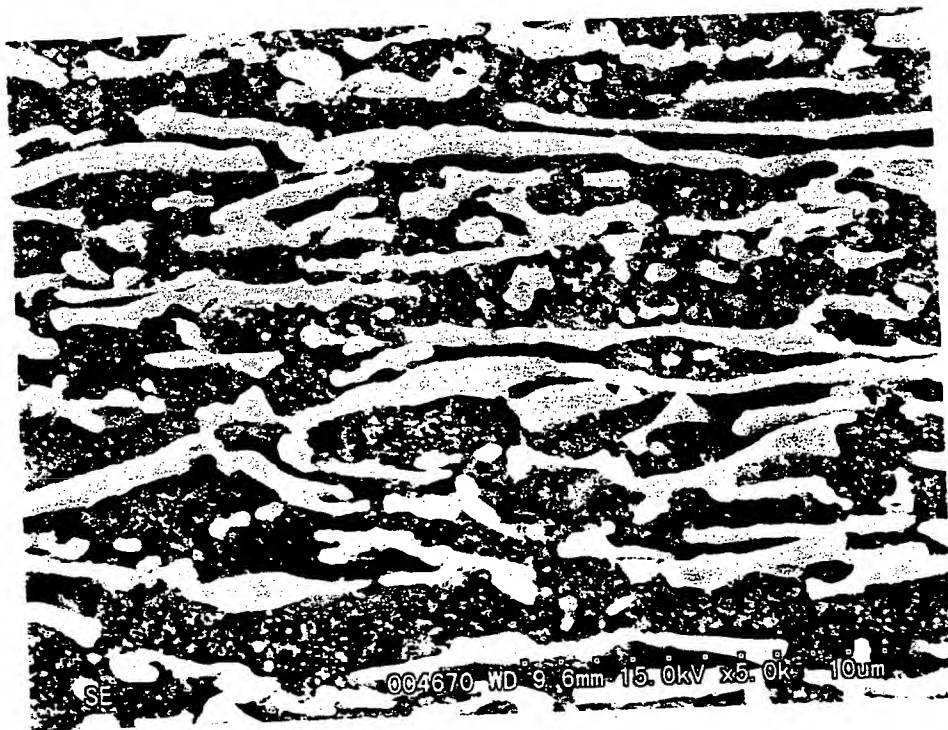
B



(×5000)

10 μm

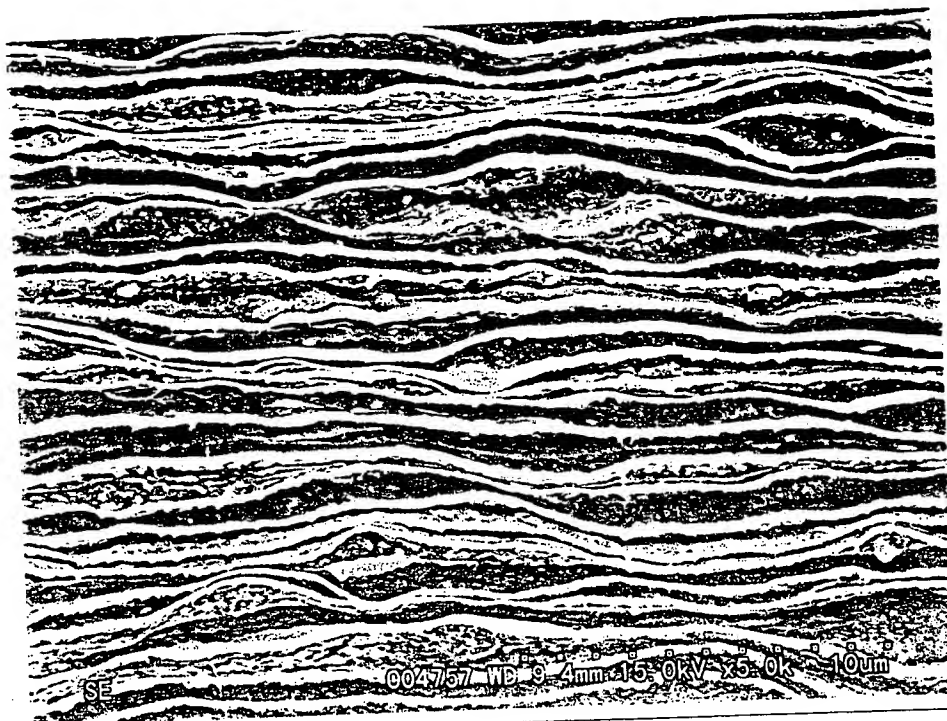
【図2】



(×5000)

10 μm

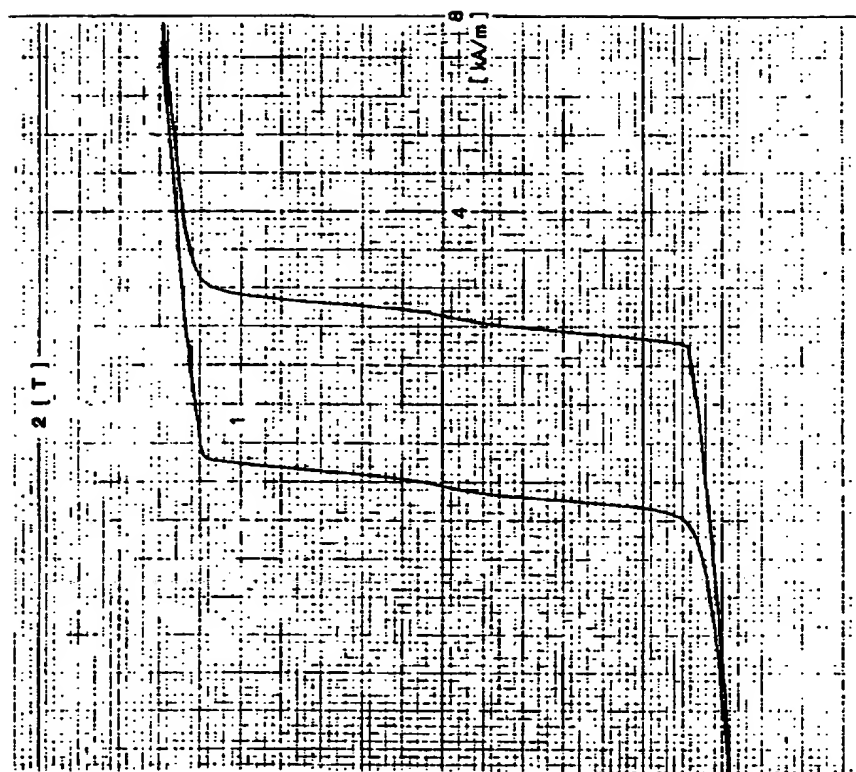
【図3】



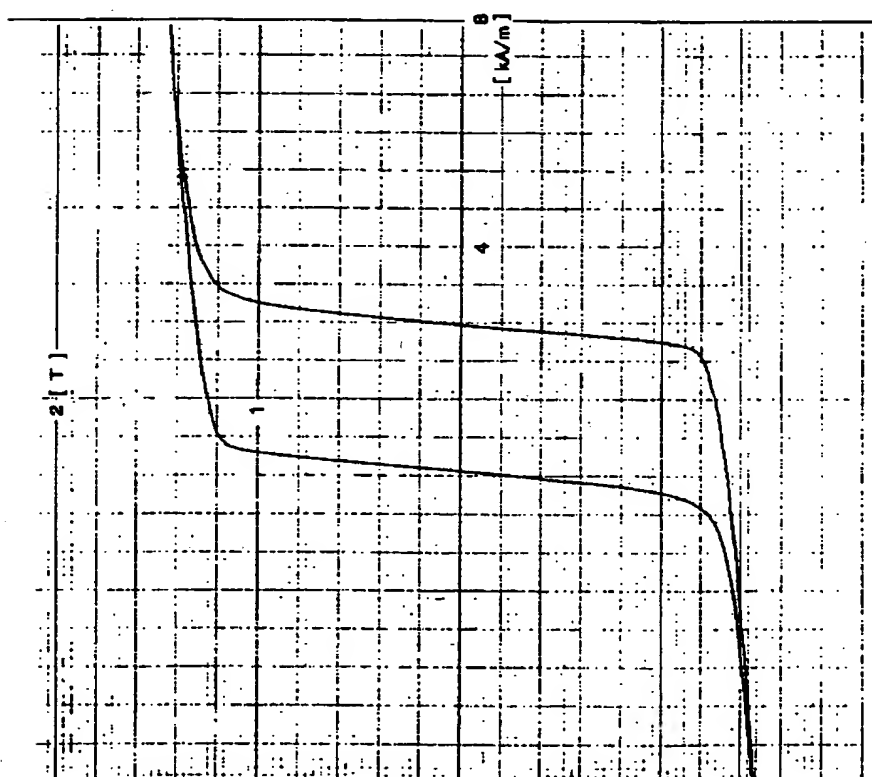
(×5000)

10 μm

【図4】

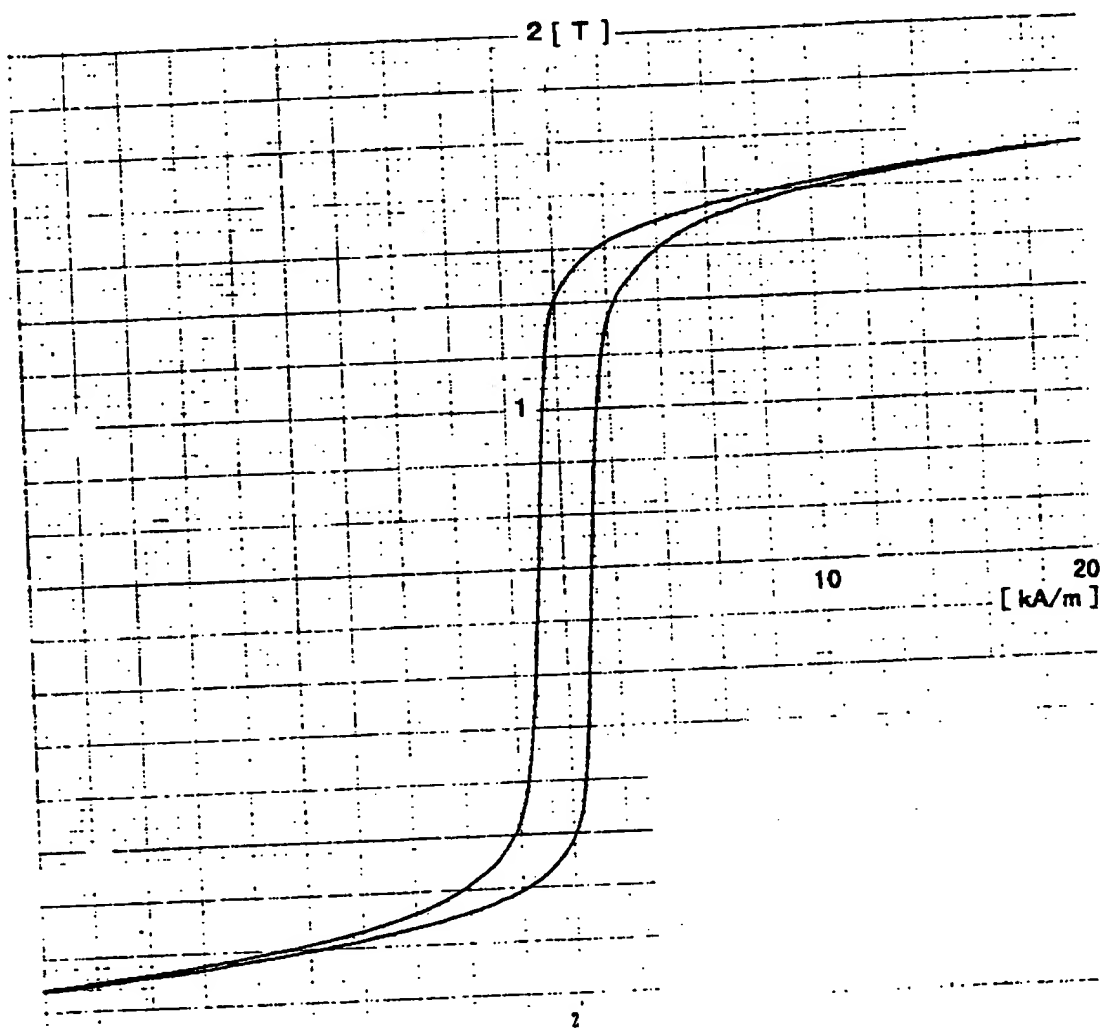


B



A

【図 5】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 角形比が高く磁化急峻性に優れた半硬質磁性材料および磁気マーカ用バイアス材として好適な製造方法を提供する。

【解決手段】 Feを主体とするA層とCu族非磁性金属を主体とするB層を拡散接合した多層クラッド材を加熱し、B層を分断化处理し、次いで冷間での塑性加工を施すことにより、角形比が高く磁化急峻性に優れた半硬質磁性材料および磁気マーカ用バイアス材を得ることができる。

【選択図】 図1

【書類名】  
【訂正書類】

職権訂正データ  
特許願

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成10年 9月10日

【特許出願人】

申請人

【識別番号】

000005083

【住所又は居所】

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

【氏名又は名称】

日立金属株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005083]

1. 変更年月日 1990年 8月10日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号  
氏 名 日立金属株式会社
2. 変更年月日 1999年 8月16日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
氏 名 日立金属株式会社

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**